

## **BAB V**

### **PENUTUP**

#### **A. Kesimpulan**

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Sampel 1 (hulu) dan sampel 2 (hilir) Ikan Nila Merah yang diambil dari keramba dari perairan Waduk Kedungombo setelah diuji kualitatif positif tercemar logam berat timbal (Pb).
2. Kadar logam berat timbal (Pb) secara uji kuantitatif (SSA) yang didapatkan pada penelitian ini adalah sampel 1 sebesar 0,9480 mg/kg dan sampel 2 sebesar 0,6358 mg/kg.
3. Kadar logam berat timbal (Pb) pada ikan nila merah memiliki kadar diatas persyaratan berdasarkan SNI 2729:2013 yaitu batas maksimum kandungan logam timbal (Pb) pada ikan adalah sebesar 0,3 mg/kg.

#### **B. Saran**

1. Perlu dilakukan penelitian terhadap kandungan logam berat lain (Cu,Cd) pada jenis ikan yang berbeda.
2. Perlu dilakukan penelitian dengan cara destruksi kering pada sampel Ikan Nila Merah

## DAFTAR PUSTAKA

- Aida, Siti Nurul., dan Utomo Agus Joko. 2016. *Kajian Kualitas Perairan Untuk Perikanan Di Rawa Pening Jawa Tengah* 8: 173-174.
- Amri, K dan Khiruman. 2008. *Budidaya Ikan Nila Secara Intensif*. Jakarta: Agromedia.
- Andriani, Yuli. 2018. *Budidaya Ikan Nila*. Yogyakarta: Deepublish.
- Dharyati *et al.* 2009. *Bio-ekologi dan Potensi Sumberdaya Perikanan di Waduk Kedungombo dan Waduk Gajah Mungkur Jawa Tengah*. Laporan akhir tahun. Balai Riset Perikanan Perairan Umum. Palembang: 75.
- Gandjar G., dan Rhoman A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar. Hal 298-322.
- Ghufran H., dan Kordi K. 2010. *Budidaya Ikan Nila di Kolam Terpal*. Yogyakarta: ANDI.
- Ghufran H., dan Kordi K. 2015. *Pengelolaan Perikanan Indonesia*. Yogyakarta: Pustaka Baru Press.
- Gustiano *et al.* 2009. *Perbaikan Pertumbuhan Ikan Nila (*Oreochromis niloticus*) dengan Seleksi Famili*. *Media Akuakultur*. 3 (2): 98-106.
- Hasrat M Jamaluddin., dan Ibrahim N. 2014. *Analisis Logam Berat Timbal (Pb) Pada Ikan Petek (*Leiognathus Sp.*) Dan Ikan Teri (*Stecophorus Sp*) Di Kawasan Teluk Palu Secara Spektrofotometri Serapan Atom*. *Online Jurnal Of Natural Science* 3: 230-238.
- Kusmartini *et al.* 2011. *Perbandingan AAN dan SSA Dalam Penentuan Unsur Fe dan Zn Pada Cuplikan Tepung Kacang Hijau dan Tepung Kacang Kedelai* :193-196.
- Manggara, A.B, dan Prasongko E.T. 2015. *Analisis Timbal (Pb) Pada Ikan Nila Merah (*Oreochromis niloticus*) di Keramba Apung Sungai Brantas Semampir Kediri* 2:141-145.

- Mushodiq, M. 2013. *Pembenihan Ikan Nila Gift*. *Jurnal aquaculture*. (2): 106-107.
- Nugroho, Bayu. 2015. *Budidaya Daya Nila Organik Dengan Biaya Pakan*. Jakarta: Agromedia Pustaka.
- Palar H. 2008. *Pencemaran Dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: Penerbit Pt Rineka Cipta.
- Riyanto. 2015. *Validasi dan Verifikasi*. Yogyakarta.: Deepublish.
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta : Pustaka Pelajar.
- Sari, Ni Ketut. 2010. *Analisa Instrumentasi*. Klaten: Yayasan Humaniora.
- Sembel, Dantje T. 2015. *Toksitologi Lingkungan*. Yogyakarta:ANDI.
- Sudarwin. 2008. *Analisis Spasial Pencemaran Logam Berat (Pb dan Cd) Pada Sedimen Aliran Sungai Dari Tempat Pembuangan Akhir (TPA) Sampah Jati Barang Semarang, Tesis, Program Pasca Sarjana Unuversitas Diponegoro, Semarang*.
- Standar Nasional Indonesia. 2013. *Tentang Cemaran Logam Pada Ikan Segar*. Jakarta.
- Syahfitri *et al.* 2010. *Komparasi Metode Analisis Aktivasi Neutron dan Spektrofotometri Serapan Atom Pada Penentua Unsur Fe, Zn, dan Hg Dalam Spirulina Platenis: 232-236*.
- Utomo, AD. 2015. *Daya Dukung Perairan Untuk Budidaya Ikan Pada Keramba Jaring Waduk Kedungombo. Prosdiding, Semnaskan UGM*.
- Widiyanti *et al.* 2005. *Kandungan Logam Berat Timbal (Pb) serta Struktur Mikroanatomi Ctenidia dan Kelenjar Pencernakan (Hepar) Anodonta Woodian Lea., di Sungai Hilir Waduk Kedungombo. 7:136-142*.
- Widowati, H. 2008. *Pengaruh Kadar Logam Cd, Pb Terhadap Perubahan Warna Batang dan Daun Sayuran*. (2): 167-173.

## LAMPIRAN

Lampiran 1. Perhitungan pembuatan larutan

1. Pembuatan Larutan Aquadest asam 0,5 % sebanyak 1000 mL

$$(V \times C) \text{ HNO}_3 \text{ pekat} = (V \times C) \text{ Aquadest asam } 0,5 \%$$

$$\text{Volume} \times 100 = 1000 \times 0,5$$

$$\text{Volume} = 5 \text{ mL}$$

Jadi, memipet sebanyak 5 mL HNO<sub>3</sub> pekat ke dalam *beaker glass* 1000 mL kemudian, ditambahkan aquadest hingga tanda batas.

## Lampiran 2. Perhitungan pembuatan larutan standar

1. Pembuatan larutan standar logam berat timbal (Pb) 100 ppm sebanyak 100 mL

$$(V \times C) \text{ Pb } 1000 = (V \times C) \text{ Pb } 100$$

$$\text{Volume} \times 1000 = 100 \times 100$$

$$\text{Volume} = 10 \text{ mL}$$

Jadi, memipet sebanyak 10 mL larutan standar Pb 1000 ppm ke dalam labu takar 100 mL kemudian ditambahkan larutan Aquadest asam 0,5 % hingga tanda batas.

2. Pembuatan seri konsentrasi larutan standar logam berat timbal (Pb)

1. Pembuatan larutan standar logam berat timbal (Pb) 0,05 ppm

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,05$$

$$\text{Volume} \times 100 = 100 \times 0,05$$

$$\text{Volume} = 0,05 \text{ mL}$$

2. Pembuatan larutan standar logam berat timbal (Pb) 0,1 ppm

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,1$$

$$\text{Volume} \times 100 = 100 \times 0,1$$

$$\text{Volume} = 0,1 \text{ mL}$$

3. Pembuatan larutan standar logam berat timbal (Pb) 0,2 ppm

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,2$$

$$\text{Volume} \times 100 = 100 \times 0,2$$

$$\text{Volume} = 0,2 \text{ mL}$$

4. Pembuatan larutan standar logam berat timbal (Pb) 0,3 ppm

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,3$$

$$\text{Volume} \times 100 = 100 \times 0,3$$

$$\text{Volume} = 0,3 \text{ mL}$$

5. Pembuatan larutan standar logam berat timbal (Pb) 0,4 ppm

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,4$$

$$\text{Volume} \times 100 = 100 \times 0,4$$

$$\text{Volume} = 0,4 \text{ mL}$$

6. Pembuatan larutan standar logam berat timbal (Pb) 0,5 ppm

$$(V \times C) \text{ Pb } 100 = (V \times C) \text{ Pb } 0,5$$

$$\text{Volume} \times 100 = 100 \times 0,5$$

$$\text{Volume} = 0,5 \text{ mL}$$

## Lampiran 3. Kurva kalibrasi logam berat timbal (Pb)

Tabel 7. Kurva kalibrasi logam berat timbal (Pb)

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
0,05	0,0019
0,1	0,0041
0,2	0,0090
0,3	0,0132
0,4	0,0186
0,5	0,0234

$$A = -0,00065; B = 0,047803; R = 0,999548$$

## Lampiran 4. Penimbangan sampel

Tabel 8. Penimbangan sampel

Sampel	Penimbangan ke-	Berat Sampel (gram)
1	1	10,0249
	2	10,0193
	3	10,0194
2	1	10,0298
	2	10,0040
	3	10,0091

## Lampiran 5. Perhitungan kadar logam berat timbal (Pb) sampel

## 1. Perhitungan kadar pada sampel 1 (hulu)

## b. Replikasi 1

$$y=a+b x$$

$$y= -0,00065 + 0,047803 x$$

$$0,0012 = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$x = \frac{0,0012 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x=0,0387 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{C (\text{mg/L}) \times V (\text{L})}{B (\text{kg})}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{0,0387 (\text{mg/L}) \times 0,025 (\text{L})}{0,00100249 (\text{kg})}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = 0,9651 \text{ mg/kg}$$

## b. Replikasi 2

$$y=a+b x$$



$$y = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$0,0009 = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$x = \frac{0,0009 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,0324 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{C \text{ (mg/L)} \times V \text{ (L)}}{B \text{ (kg)}}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{0,0324 \text{ (mg/L)} \times 0,025 \text{ (L)}}{0,00100193 \text{ (kg)}}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = 0,8084 \text{ mg/kg}$$

c. Replikasi 3

$$y = a + b x$$

$$y = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$0,0014 = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$x = \frac{0,0014 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,0429 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{C \text{ (mg/L)} \times V \text{ (L)}}{B \text{ (kg)}}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{0,0429 \text{ (mg/L)} \times 0,025 \text{ (L)}}{0,00100194 \text{ (kg)}}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = 1,0704 \text{ mg/kg}$$

2. Perhitungan Kadar Pada Sampel 2 (hilir)

a. Replikasi 1

$$y = a + b x$$

$$y = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$0,0005 = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$x = \frac{0,0005 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,0241 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{C \text{ (mg/L)} \times V \text{ (L)}}{B \text{ (kg)}}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{0,0241 \text{ (mg/L)} \times 0,025 \text{ (L)}}{0,00100298 \text{ (kg)}}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = 0,6007 \text{ mg/kg}$$

b. Replikasi 2

$$y = a + b x$$

$$y = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$0,0005 = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$x = \frac{0,0005 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,0241 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{C \text{ (mg/L)} \times V \text{ (L)}}{B \text{ (kg)}}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{0,0241 \text{ (mg/L)} \times 0,025 \text{ (L)}}{0,00100040 \text{ (kg)}}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = 0,6044 \text{ mg/kg}$$

c. Replikasi 3

$$y = a + b x$$

$$y = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$0,0007 = -0,00065 + 0,047803 x$$

$$x = \frac{0,0007 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,0282 \text{ mg/L}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{C (\text{mg/L}) \times V (\text{L})}{B (\text{kg})}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = \frac{0,0282 (\text{mg/L}) \times 0,025 (\text{L})}{0,00100091 (\text{kg})}$$

$$\text{Kadar Pb mg/kg} = 0,7044 \text{ mg/kg}$$

Dimana :

y = Absorbansi

a = Nilai intersept (a)

b = Nilai slope (b)

C = Konsentrasi sampel (Nilai x) mg/L

V = Volume sampel (L)

B = Berat sampel (kg)

## Lampiran. 6. Data dan perhitungan akurasi

Tabel 9. Nilai absorbansi akurasi

Sampel	Absorbansi
0,1 a	0,0047
0,1 b	0,0043
0,1 c	0,0045
0,3 a	0,0128
0,3 b	0,0130
0,3 c	0,0132
0,5 a	0,0228
0,5 b	0,0228
0,5 c	0,0228

$$A = -0,00065; B = 0,047803; R = 0,999548$$

Dimasukkan kedalam persamaan  $y = a + bx$

$$\text{Larutan 0,1a} \quad x = \frac{0,0047 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,1109$$

$$\text{Larutan 0,5a} \quad x = \frac{0,0228 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,4895$$

$$\text{Larutan 0,1b} \quad x = \frac{0,0043 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,1025$$

$$\text{Larutan 0,5b} \quad x = \frac{0,0228 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,4895$$

$$\text{Larutan 0,1c} \quad x = \frac{0,0045 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,1067$$

$$\text{Larutan 0,5c} \quad x = \frac{0,0228 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,4895$$

$$\text{Larutan 0,3a} \quad x = \frac{0,0128 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,2803$$

$$\text{Larutan 0,3b} \quad x = \frac{0,0130 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,2845$$

$$\text{Larutan 0,3c} \quad x = \frac{0,0132 + 0,00065}{0,047803}$$

$$x = 0,2887$$

## Perhitungan Akurasi

$$\text{Akurasi} = \frac{\text{kadar terhitung } \frac{\text{mg}}{\text{L}}}{\text{kadar diketahui } \frac{\text{mg}}{\text{L}}} \times 100 \%$$

$$\begin{aligned} \text{Larutan 0,1a} &= \frac{0,1109}{0,1} \times 100 \% \\ &= 110,8787 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Larutan 0,5a} &= \frac{0,4895}{0,5} \times 100 \% \\ &= 97,9079\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Larutan 0,1b} &= \frac{0,1025}{0,1} \times 100 \% \\ &= 102,5105 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Larutan 0,5b} &= \frac{0,4895}{0,5} \times 100 \% \\ &= 97,9079 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Larutan 0,1c} &= \frac{0,1067}{0,1} \times 100 \% \\ &= 106,6946 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Larutan 0,5c} &= \frac{0,4895}{0,5} \times 100 \% \\ &= 97,9079 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Larutan 0,3a} &= \frac{0,2803}{0,3} \times 100 \% \\ &= 93,4449 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Larutan 0,3b} &= \frac{0,2845}{0,3} \times 100 \% \\ &= 94,8396 \% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Larutan 0,3c} &= \frac{0,2887}{0,3} \times 100 \% \\ &= 96,2343 \% \end{aligned}$$

Dimana :

Kadar terhitung = Nilai x ( $\frac{\text{mg}}{\text{L}}$ )

Kadar diketahui = konsentrasi yang digunakan ( $\frac{\text{mg}}{\text{L}}$ )

## Lampiran 7. Data dan perhitungan presisi

Tabel 10. Nilai absorbansi presisi

Sampel	Absorbansi
1	0,0091
2	0,0091
3	0,0090
4	0,0094
5	0,0091
6	0,0092
7	0,0091
8	0,0089
9	0,0089
10	0,0090

$$A = -0,00065; B = 0,047803; R = 0,999548$$

Dimasukkan kedalam persamaan  $y = a + bx$

Larutan 1	$x = \frac{0,0091 + 0,00065}{0,047803}$	Larutan 6	$x = \frac{0,0092 + 0,00065}{0,047803}$
	$x = 0,2029$		$x = 0,2050$
Larutan 2	$x = \frac{0,0091 + 0,00065}{0,047803}$	Larutan 7	$x = \frac{0,0091 + 0,00065}{0,047803}$
	$x = 0,2029$		$x = 0,2029$
Larutan 3	$x = \frac{0,0090 + 0,00065}{0,047803}$	Larutan 8	$x = \frac{0,0089 + 0,00065}{0,047803}$
	$x = 0,2008$		$x = 0,1987$
Larutan 4	$x = \frac{0,0094 + 0,00065}{0,047803}$	Larutan 9	$x = \frac{0,0089 + 0,00065}{0,047803}$
	$x = 0,2092$		$x = 0,1987$
Larutan 5	$x = \frac{0,0091 + 0,00065}{0,047803}$	Larutan 10	$x = \frac{0,0090 + 0,00065}{0,047803}$
	$x = 0,2029$		$x = 0,2008$

## Lampiran. 8. Data dan perhitungan LOD dan LOQ

Tabel 11. Perhitungan LOD dan LOQ

Konsentrasi (ppm) (x)	Abs (Y)	Y1 (A + (B x X))	(Y-Y1) <sup>2</sup>	SD
0,05	0,0019	0,0018	1 x 10 <sup>-8</sup>	0,0003
0,1	0,0041	0,0042	1 x 10 <sup>-8</sup>	
0,2	0,0090	0,0090	0	
0,3	0,0132	0,0137	2,5 x 10 <sup>-7</sup>	
0,4	0,0186	0,0185	1 x 10 <sup>-8</sup>	
0,5	0,0234	0,0233	1 x 10 <sup>-8</sup>	
<b>Jumlah</b>			2,9 x 10 <sup>-7</sup>	

Regresi Linier : A= -0,00065; B= 0,047803; R= 0,999548

$$a. \quad SD = \sqrt{\frac{\Sigma(y-y_1)^2}{n-2}} = \sqrt{\frac{2,9 \times 10^{-7}}{4}} = 0,0003$$

$$b. \quad LOD = \frac{3,3 \times SD}{\text{slope}}$$

$$LOD = \frac{3,3 \times 0,0003}{0,047803}$$

$$LOD = 0,0207$$

$$c. \quad LOQ = \frac{10 \times SD}{\text{slope}}$$

$$LOQ = \frac{10 \times SD}{0,047803}$$

$$LOQ = 0,0628$$

Dimana :

SD = Standar Deviasi

$\Sigma(y-y_1)^2$  = Jumlah nilai  $(y-y_1)^2$  (pada tabel)

N = Banyaknya Konsentrasi

## Lampiran 9. Perhitungan SPSS Nonparametic

## Uji ANOVA

		Kadar Sampel
N		6
Normal Parameters <sup>a,b</sup>	Mean	.791883
	Std. Deviation	.1939044
Most Extreme Differences	Absolute	.174
	Positive	.174
	Negative	-.162
Kolmogorov-Smirnov Z		.426
Asymp. Sig. (2-tailed)		.993

a. Test distribution is Normal.

b. Calculated from data.

Berdasarkan data uji *One-Sample Kolmogorov-Smirnov* diperoleh nilai signifikansi = 0,993 > 0,05 ( $H_0$  diterima) sehingga dapat disimpulkan data tersebut mengikuti distribusi normal.

## Test of Homogeneity of Variances

Levene Statistic	df1	df2	Sig.
1.402	1	4	.302

Berdasarkan *Lavene Statistic* didapatkan nilai signifikansi 0,302 > 0,05 maka  $H_0$  diterima maka memenuhi persyaratan homogenitasnya.

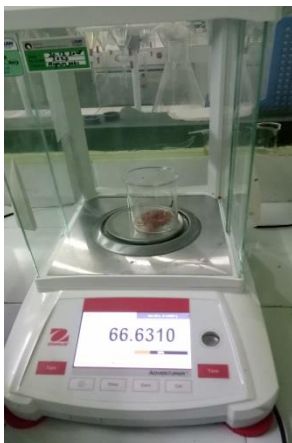
## ANOVA

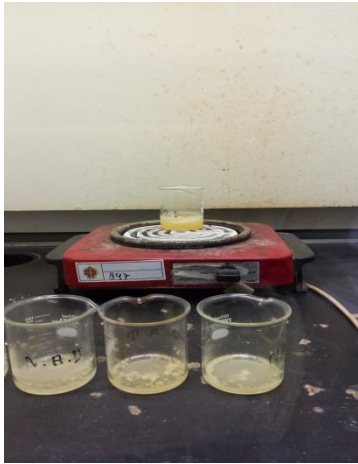
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	.146	1	.146	13.980	.020
Within Groups	.042	4	.010		
Total	.188	5			



Berdasarkan hasil data uji ANOVA menunjukkan bahwa nilai F hitung sebesar 13,980 dengan signifikansi  $0,020 < 0,05$   $H_0$  ditolak, berarti sampel berbeda secara signifikansi.

## Lampiran 10. Kegiatan praktek KTI

**Gambar 3. Ikan nila merah****Gambar 4. Sampel daging ikan nila merah****Gambar 5. Penimbangan sampel****Gambar 6. Proses destruksi sampel**



**Gambar 7. Pendinginan sampel**



**Gambar 8. Penyaringan sampel**



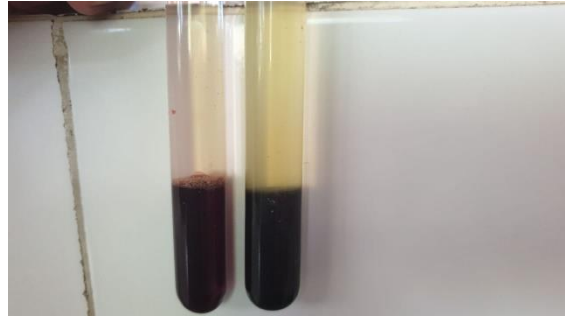
**Gambar 9. Larutan sampel**



**Gambar 10. Larutan kurva kalibrasi**



**Gambar 11. Larutan ditizon 0,05 %**



**Gambar 12. Uji kualitatif dengan uji ditizon**



**Gambar 13. Uji kualitatif dengan serbuk KI**



**Gambar 14. Uji kualitatif dengan serbuk  $\text{Na}_2\text{CO}_3$**



**Gambar 15. Spektrofotometri serapan atom**